

**Use mixtures as impression or doubling compositions in the dental area**

Patent Number: ☐ US2002156149  
Publication date: 2002-10-24  
Inventor(s): SCHAUB MATTHIAS (DE); FRECKMANN MICHAEL (DE); URBAS HOLGER (DE)  
Applicant(s):  
Requested Patent: ☐ DE10104079  
Application Number: US20020054211 20020122  
Priority Number(s): DE20011004079 20010129  
IPC Classification: A61K6/10; C08K3/00  
EC Classification: A61K6/10  
Equivalents: ☐ EP1226808, A3, ☐ JP2002226317, ☐ US6835760

---

**Abstract**

---

Use of mixtures containing A) alkoxysilyl-functional polyethers with linear or branched main chains with an average molecular weight (Mn) of 800 to 20,000, containing 20 to 95 percent of polyether groups and 0.2 to 25 percent of SiR<sub>1</sub>R<sub>2</sub>R<sub>3</sub> alkoxysilyl groups, in which R<sub>1</sub>, R<sub>2</sub> and R<sub>3</sub>, independently of one another, are hydrogen, alkyl or alkoxy, and 0 to 10 percent of urethane groups or 0 to 10 percent of urea groups, and B) a mixture, containing water and organic and/or inorganic acids in a ratio by weight of 1:0.01 to 1:40, as impression or doubling composition in the dental area.

---

Data supplied from the esp@cenet database - I2



⑮ **BUNDESREPUBLIK  
DEUTSCHLAND**



**DEUTSCHES  
PATENT- UND  
MARKENAMT**

⑫ **Offenlegungsschrift**  
⑩ **DE 101 04 079 A 1**

⑤① Int. Cl. 7:  
**A 61 K 6/10**  
C 08 L 83/12

②① Aktenzeichen: 101 04 079.2  
②② Anmeldetag: 29. 1. 2001  
④③ Offenlegungstag: 8. 8. 2002

**DE 101 04 079 A 1**

⑦① Anmelder:  
Heraeus Kulzer GmbH & Co. KG, 63450 Hanau, DE  
  
⑦④ Vertreter:  
Kühn, H., Pat.-Ass., 63450 Hanau

⑦② Erfinder:  
Schaub, Matthias, Dr., 40593 Düsseldorf, DE;  
Freckmann, Michael, 50769 Köln, DE; Urbas,  
Holger, 47829 Krefeld, DE

⑤⑥ Entgegenhaltungen:  
DE 199 42 467 A1  
DE 44 39 769 A1  
EP 02 69 819 B1  
EP 09 39 107 A2

**Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen**

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

⑤④ Verwendung von Mischungen als Abform- oder Dubliermassen im Dentalbereich

⑤⑦ Verwendung von Mischungen, enthaltend  
A) alkoxysilylfunktionelle Polyether mit linearer oder verzweigter Hauptkette mit einem mittleren Molekulargewicht ( $M_n$ ) von 800-20000, mit einem Gehalt an Polyethergruppen von 20-95%, einem Gehalt an Alkoxysilylgruppen-SiR<sup>1</sup>R<sup>2</sup>R<sup>3</sup> von 0,2-25%, wobei R<sup>1</sup>, R<sup>2</sup> und R<sup>3</sup> unabhängig voneinander H, alkyl oder alkoxy bedeuten, einem Gehalt an Urethangruppen von 0-10% oder einem Gehalt an Harnstoffgruppen von 0-10%, und  
B) eine Mischung, enthaltend Wasser und organische und/oder anorganische Säuren in Gewichtsverhältnissen von 1:0,01 bis 1:40, als Abform- oder Dubliermassen im Dentalbereich.

**DE 101 04 079 A 1**

## Beschreibung

[0001] Die Erfindung betrifft die Verwendung von Mischungen als Abform- oder Dubliermassen im Dentalbereich.

[0002] Abformmassen, die im Dentalbereich Anwendung finden, sind an sich bekannt (siehe R. G. Craig, Restorative Dental Materials, The C. V. Mosby-Comp. St. Louis, Toronto, London, 1980, S 1979 ff). An derartige Materialien werden insgesamt sehr hohe Anforderungen gestellt:

1. Angenehmer Geruch, Geschmack und ästhetisches Aussehen.
2. Die Massen dürfen keine toxischen oder irritierenden Bestandteile enthalten.
3. Die Massen müssen eine mehrmonatige Lagerstabilität aufweisen.
4. Die Massen müssen wirtschaftlich herstellbar sein und eine präzise Abformung ergeben.
5. Die Massen müssen leicht zu handhaben sein.
6. Die Härtingscharakteristik muss den klinischen Erfordernissen entsprechen.
7. Die ausgehärteten Massen müssen elastisch sein und dürfen sich nicht unter Zugbeanspruchung bleibend verformen.
8. Die ausgehärteten Massen müssen eine ausreichende Druckfestigkeit besitzen und dürfen nicht brechen.
9. Die ausgehärteten Massen müssen bei Raumtemperatur und normaler Luftfeuchtigkeit solange dimensionsstabil sein, dass in angemessener Zeit exakte Gipsabdrücke hergestellt werden können.
10. Die ausgehärteten Massen dürfen keine Gipsschädigung hervorrufen und müssen mit anderen Abformmassen kompatibel sein.

[0003] Abformmassen auf Basis alkoxysilylfunktionalisierter Polyether werden in EP 0 269 819 B1 beschrieben.

[0004] Dort wird die Verwendung von Mischungen offenbart, enthaltend

- A) ein Ether-, Urethan-, Harnstoffgruppen und Alkoxysilylendgruppen enthaltendes Polyadditionsprodukt mit einer überwiegend linearen Molekülstruktur, ausschließlich aliphatisch oder cycloaliphatisch gebundenen Ether-, Urethan- und Harnstoffsegmenten und einem mittleren Molekulargewicht  $M_n$  von 800–2000, gekennzeichnet durch
  - a) einen Gehalt von Polyethergruppen von 25–90 Gewichts-%,
  - b) einen Gehalt von Urethangruppen ( $-\text{NH}-\text{CO}-\text{O}-$ ) von 0,5–10 Gewichts-%,
  - c) einen Gehalt von Harnstoffgruppen ( $-\text{NH}-\text{CO}-\text{NH}-$ ) von 0,5–10 Gewichts-% und
  - d) endständige Gruppen der Formel  $-\text{NR}-(\text{CH}_2)_n-\text{SiR}_1\text{R}_2\text{R}_3$ ,  
 worin n die Zahlen 1 bis 6 darstellt,  
 R Wasserstoff oder  $-(\text{CH}_2)_n-\text{SiR}_1\text{R}_2\text{R}_3$  bedeutet,  
 $\text{R}_1\text{R}_2\text{R}_3$  unabhängig voneinander C1-C4-Alkoxy bedeuten, wobei der Gehalt der endständigen Alkoxysilylgruppen  $-\text{SiR}_1\text{R}_2\text{R}_3$  1–25 Gewichts-% beträgt und
- B) eine Abmischung, enthaltend Wasser und organische und/oder anorganische Säuren in Gewichtsmengenverhältnissen von 1 : 0,01 bis 1 : 40, als Abform- oder Dubliermassen im Dentalbereich.

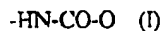
[0005] Diese Systeme erfüllen jedoch nicht alle der oben genannten Anforderungen im wünschenswerten Ausmaß.

[0006] Insbesondere sind diese Abformmassen durch mehrstufige aufwendige Verfahren zu synthetisieren, wobei darüber hinaus die Produkte hochviskos sind, da Diisocyanate mit Dihydroxypolyethern umgesetzt werden, wobei es zwangsläufig zu einem Anstieg des mittleren Molekulargewichts ( $M_n$ ) und damit auch zu einem Anstieg der Viskosität kommt. Damit sind die Möglichkeiten der Formulierung pastöser Massen mit den aus dem Stand der Technik bekannten Polyadditionsprodukten stark eingeschränkt, da entweder hohe Verdünnergehalte oder geringe Füllstoffgehalte eingestellt werden müssen, um verarbeitbare – also nicht zu hochviskose – Massen zu erhalten.

[0007] Schließlich zeigen die Abformmassen auf Basis der in EP 0 269 819 B1 beschriebenen Polyadditionsprodukte bei Abmischung mit Wasser und Säure eine ungünstige Aushärtungskinetik, die durch eine kurze Verarbeitungszeit und gleichzeitig durch eine lange Abbindezeit gekennzeichnet ist.

[0008] In DE 44 39 769 werden Kunststoffe offenbart mit mindestens einem Silan-, Ether- und Urethangruppen enthaltenden Polyadditionsprodukt mit einer überwiegend linearen Molekülstruktur mit aliphatisch oder cycloaliphatisch gebundenen Ether- oder Urethansegmenten und einem Zahlenmittel der Molmasse im Bereich von 800 bis 20000, wobei das Polyadditionsprodukt die folgenden Merkmale aufweist:

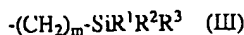
- a) einen Gehalt an Polyethergruppen von 20 bis 90, insbesondere 50 bis 80 Gew.-Teilen, auf 100 Gew.-Teile Polyadditionsprodukt;
- b) einen Gehalt an Urethangruppen der Formel I



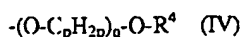
- von 0,5 bis 10, insbesondere von 1 bis 8 Gew.-Teilen auf 100 Gew.-Teile Polyadditionsprodukt;
- c) sowie einen Gehalt an endständig angeordneten Alkoxysilylgruppen der Formel II



- in der  
 m eine Zahl im Bereich von 1 bis 6, insbesondere 3.  
 R Wasserstoff oder eine Gruppe der Formel (III)



mit den hier angegebenen Bedeutungen für m, R<sup>1</sup>, R<sup>2</sup> und R<sup>3</sup>, und mindestens eine der Gruppen R<sup>1</sup>, R<sup>2</sup> und R<sup>3</sup> eine Gruppe der Formel IV



in der

p eine Zahl im Bereich von 2 bis 4, insbesondere 3, und

q eine Zahl im Bereich von 1 bis 100, insbesondere von 2 bis 4 sowie

R<sup>4</sup> eine Alkyl-, Aralkyl-, Vinyl-, Vinylcarbonyl-, alpha-Methylvinylcarbonyl- oder beta-Methylvinylcarbonylgruppe ist, bedeuten,

wobei die restlichen Gruppen R<sup>1</sup>, R<sup>2</sup> und R<sup>3</sup> Methyl, Ethyl oder C<sub>1</sub>- bis C<sub>4</sub>-Alkoxy bedeuten, soweit sie nicht Gruppen der obigen Definitionen sind,

und die Kunststoffe weiterhin mindestens einen Katalysator für die Kondensation der Silangruppen enthalten.

[0009] Nachteil dieser Systeme ist ebenfalls ein aufwendiges mehrstufiges Herstellverfahren, das einen Umesterungsschritt, kommerziell erhältlicher Silane mit Verbindungen der Struktur H-(O-C<sub>p</sub>H<sub>2p</sub>)<sub>q</sub>-O-R<sup>4</sup> erfordert. Ein weiterer Nachteil dieser Systeme ist das hohe toxische Potential der im Laufe der Abbinde Reaktion freigesetzten Gruppen der allgemeinen Formel H-(O-C<sub>p</sub>H<sub>2p</sub>)<sub>q</sub>-O-R<sup>4</sup>.

[0010] Problem der vorliegenden Erfindung ist es, die Nachteile der bekannten Abformmassen auf Basis alkoxysilylfunktionaler Polyether zu vermeiden, also insbesondere Abformmassen auf Basis kommerziell erhältlicher oder einfach (vorzugsweise in einem Reaktionsschritt) zu synthetisierender, niedrigviskoser (Viskosität < 50 Pas) alkoxysilylfunktionaler Polyether zur Verfügung zu stellen, die sich durch eine günstige Abbindekinetik (d. h. Verarbeitungszeiten im Bereich von 2 bis 3 Minuten bei Aushärtezeiten von < 4 Minuten) also durch ein sogenanntes Snap-Set-Verhalten (langsame Induktionszeit von bis zu mehreren Minuten und anschließend sehr schnelles Abbinden) auszeichnen.

[0011] Dieses Problem wird erfindungsgemäß durch eine Verwendung nach Anspruch 1 gelöst.

[0012] Hierbei handelt es sich um die Verwendung von Mischungen, enthaltend.

A) alkoxysilylfunktionelle Polyether mit linearer oder verzweigter Hauptkette mit einem mittleren Molekulargewicht (M<sub>n</sub>) von 800–20000, mit einem Gehalt an Polyethergruppen von 20–95%,

einem Gehalt an Alkoxysilylgruppen -SiR<sup>1</sup>R<sup>2</sup>R<sup>3</sup> von 0,2–25%,

wobei R<sup>1</sup>, R<sup>2</sup> und R<sup>3</sup> unabhängig voneinander H, alkyl oder alkoxy bedeuten,

einem Gehalt an Urethangruppen von 0–10% oder einem Gehalt an Harnstoffgruppen von 0–10%, und

B) eine Mischung, enthaltend Wasser und organische und/oder anorganische Säuren in Gewichtsverhältnissen von 1 : 0,01 bis 1 : 40,

als Abform- oder Dubliermassen im Dentalbereich.

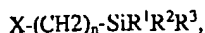
[0013] Erfindungsgemäß eingesetzte alkoxysilylfunktionelle Polyether sind zum Teil kommerziell erhältlich, z. B. MS Polymer der Kanaka Corporation. Hierbei handelt es sich um Polypropylenoxiderivate, die mit Methyltrimethoxysilylresten funktionalisiert sind (z. B. MS Polymer S303H).

[0014] Weiterhin können erfindungsgemäß eingesetzte Polyether hergestellt werden, in dem lineare oder verzweigte Polyether-Polyole bzw. lineare oder verzweigte aminoendständige Polyether mit geeignet funktionalisierten Alkoxysilanen und gegebenenfalls Polyisocyanaten bei Temperaturen von 20–150°C umgesetzt werden. Hierbei kann die Verwendung eines Katalysators erforderlich sein.

[0015] Geeignet zur Herstellung der erfindungsgemäßen alkoxysilylfunktionellen Polyether sind z. B. Polyether-Polyole, die aus der Polyurethan-Herstellung bekannt sind (z. B. Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry, Vol. A 21, S. 665–717, VCH Publishers Inc. 1992; oder US 5,672,652.). Hierbei handelt es sich um Verbindungen, die durch Polymerisation von Epoxiden wie Ethylenoxid, Propylenoxid, Butylenoxid, Tetrahydrofuran, Styroloxid oder Epichlorhydrin mit sich selbst, z. B. in Gegenwart von BF<sub>3</sub> oder durch Anlagerung dieser Epoxide gegebenenfalls im Gemisch oder nacheinander an Starterkomponenten mit reaktionsfähigen Wasserstoffatomen wie Alkohole, Glykole, Glycerin, Trimethylolpropan, Pentaerythrit, Zucker, Ethylendiamin, Diethylentriamin etc., hergestellt werden. Vielfach sind solche Polyether bevorzugt, die überwiegend (bis zu 90% bezogen auf alle vorhandenen OH-Gruppen im Polyether) primäre OH-Gruppen aufweisen. Besonders bewährt haben sich Polyether, die durch die sogenannte DMC-Katalyse, z. B. mit Zinkhexacyanokobaltat (US-A 3,278,457) hergestellt werden. In einer bevorzugten Ausführungsform weisen die eingesetzten Polyether-Polyole ein Molekulargewicht (M<sub>n</sub>) von etwa 1000 bis etwa 15000 auf und zeichnen sich durch eine OH-Funktionalität von etwa 1,5 bis 4 aus.

[0016] Geeignet zur Herstellung der erfindungsgemäßen alkoxysilylfunktionellen Polyether sind weiterhin sogenannte amino-terminierte Polyether, die ebenfalls aus dem Bereich der Polyurethan-Herstellung bekannt sind. Amino-terminierte Polyether werden ausgehend von Polyether-Polyolen durch Austausch der OH-Gruppen gegen Ammoniak oder primäre Amine erhalten (z. B. US 3 847 992). Zur Herstellung von amino-terminierten Polyethern können im Prinzip die oben aufgeführten Polyether-Polyole als Ausgangsverbindungen eingesetzt werden. In einer bevorzugten Ausführungsform weisen die eingesetzten amino-terminierten Polyether ein Molekulargewicht (M<sub>n</sub>) von etwa 500 bis etwa 15000 und eine Amino-Funktionalität von etwa 2 bis 4 auf.

[0017] Geeignete funktionalisierte Alkoxysilane zur Herstellung der erfindungsgemäßen alkoxysilylfunktionalisierten Polyether zeichnen sich durch folgende Struktur aus:



dabei steht X für eine mit einer Hydroxy- oder Aminogruppe reaktionsfähige Gruppe, n steht für eine Zahl von 1 bis 8, und R<sup>1</sup>, R<sup>2</sup> und R<sup>3</sup> bedeuten unabhängig voneinander H, alkyl, oder alkoxy. Bevorzugte Alkoxysilane sind 3-Isocyanatopropyl-triethoxysilan und 3-Isocyanatopropyl-trimethoxysilan.

[0018] Geeignete Polyisocyanate sind die aus der Polyurethan-Chemie bekannten aliphatischen Systeme wie Ethylen-diisocyanat, Tetramethylen-diisocyanat, Hexamethylen-diisocyanat, Dodecamethylen-diisocyanat, Cyclobutan-1,3-diisocyanat, Cyclohexan-1,3-diisocyanat, Cyclohexan-1,4-diisocyanat, 1-Isocyanato-3,3,5-trimethyl-5-isocyanatomethyl-cyclohexan (Isophorondiisocyanat), N-Isocyanatohexylaminocarbonyl-N,N'-bis-(isocyanatohexyl)harnstoff, 1,1-Methylen-bis-(4-isocyanatocyclohexan), 4,4'-diisocyanatodicyclohexylmethan, 2,4,6-Trioxo-1,3,5-tris(6-isocyanatohexyl)hexahydro-1,3,5-triazin oder 2,4,6-Trioxo-1,3,5-tris(5-isocyanato-1,3,3-trimethylcyclohexylmethyl)hexahydro-1,3,5-triazin.

[0019] Vorzugsweise werden beim erfindungsgemäßen Verfahren cycloaliphatische bzw. gemischt aliphatisch-cycloaliphatische Polyisocyanate eingesetzt. Besonders bevorzugt ist 1-Isocyanato-3,3,5-trimethyl-5-isocyanatomethyl-cyclohexan (Isophorondiisocyanat).

[0020] Geeignete Katalysatoren zur Herstellung der erfindungsgemäß eingesetzten alkoxyisilylfunktionalisierten Polyether sind ebenfalls aus der Polyurethan-Chemie bekannt (z. B. Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry, Vol. A 21, S. 665-717, VCH Publishers Inc. 1992). Dabei handelt es sich z. B. um Lewis-Basen, wie 1,4-Diazabicyclo[2.2.2]octan (DABCO) oder 1,8-diazabicyclo[5.4.0]undec-7-en (DBU) oder Lewis-Säuren wie Dibutylzinndilaurat (DBTL) oder Zinn-dioctoat. Bevorzugt ist die katalysatorfreie Herstellung der erfindungsgemäß eingesetzten alkoxyisilylfunktionalisierten Polyether.

[0021] Durch die Abmischung von alkoxyisilylfunktionalisierten Polyethern (Komponente A) mit Wasser und organischen und/oder anorganischen Säuren in Gewichtsverhältnissen von 1 : 0,1 bis 1 40 (Komponente B) werden elastomere Produkte erhalten, die in hervorragender Weise als Abform- oder Dubliermassen im Dentalbereich verwendet werden können.

[0022] Sowohl die Komponente A als auch die Komponente B können weitere übliche Hilfs- oder Zuschlagsstoffe zur Formulierung von pastösen Produkten enthalten. Unter Hilfs- und/oder Zuschlagsstoffen versteht man beispielsweise Verdüner, wie aromatische oder aliphatische Kohlenwasserstoffe, Alkohole, Ether, Polyether, Ester, Polyester, Füllstoffe, z. B. Quarzmehle, Cristobalithmehle, Calciumsulfat, Diatomeenerde, Silikate, gefälltes oder pyrogen hergestelltes Siliciumdioxid mit unbeladener oder beladener Oberfläche. Additive Farbstoffe; Geruchs- und Geschmacksstoffe, Emulgatoren, Stabilisatoren,

[0023] Die Herstellung von elastomeren Abformungen auf Basis der erfindungsgemäßen Abformmassen kann in der dem Fachmann bekannten Weise erfolgen, wobei die Abmischung der Komponenten A und B per Hand oder mit Automixsystemen erfolgen kann. Für den Anwender sind die Parameter Verarbeitungszeit und Abbindezeit sehr wichtige Kenngrößen eines Abformmaterials. Erwünscht ist, dass bei einer praktikablen Verarbeitungszeit, die meist im Bereich weniger Minuten liegt eine Abbindezeit eingestellt werden kann, die nur wenig über der Verarbeitungszeit liegt. Die Abbindecharakteristik elastomerer Abformmassen lässt sich z. B. mittels rheometrischer Methoden quantifizieren. Durch Messungen mittels Oszillationsrheometrie lassen sich die Beträge von Speichermodul G' (als Maß für den elastischen Anteil eines Abformmaterials) und von Verlustmodul G'' (als Maß für den viskosen Anteil eines Abformmaterials) ermitteln. Weiterhin gilt  $\tan \delta = (G''/G')$ . Durch Beobachtung des Aushärtungsverlaufs in Abhängigkeit von der Zeit nach Mischbeginn mittels Oszillationsrheometrie lassen sich die Zeiten ermitteln, bei denen gilt  $G' = G''$ , oder  $\delta = 45^\circ$  (t<sub>1</sub>) und  $\delta = 10^\circ$  (t<sub>2</sub>); dabei kann t<sub>1</sub> als Verarbeitungszeit und t<sub>2</sub> als Aushärtzeit des Abformmaterials interpretiert werden. Das Verhältnis t<sub>2</sub>/t<sub>1</sub> kann als Größe zur Charakterisierung der Abbindekinetik betrachtet werden. Je näher dieser Quotient an 1, desto günstiger ist das Abbindeverhalten in Richtung "Snap-Set" eingestellt. Während für Abformmassen auf Basis alkoxyisilylfunktionaler Polyether entsprechend dem Stand der Technik ein Verhältnis t<sub>2</sub>/t<sub>1</sub> im Bereich von 1,7-2,0 gefunden wird, kann bei den erfindungsgemäßen Systemen ein Verhältnis t<sub>2</sub>/t<sub>1</sub> von 1,2-1,3 erreicht werden.

[0024] Es ist äußerst überraschend, dass die erfindungsgemäßen Abformmassen sich gegenüber dem Stand der Technik durch eine wesentlich günstigere Abbindekinetik auszeichnen.

#### Beispiele

##### Beispiel 1

#### Synthese von alkoxyisilylfunktionalisierten Polyethern aus Polyetherpolyolen Allgemeine Vorschrift

[0025] 300 g eines Polyether-Polyols werden für 1 Stunde bei 10 mbar und 100°C entwässert. Danach werden pro Mol Hydroxygruppe 1 Mol Isocyanatopropyltriethoxysilan zugefügt und anschließend 1 Tropfen Dibutylzinndilaurat zugesetzt. Der Ansatz wird bei 100°C solange gerührt, bis keine Isocyanatgruppen mehr nachweisbar sind. (s. Tabelle 1, A1-A5).

##### Beispiel 2

#### Synthese von alkoxyisilylfunktionalisierten Polyethern aus aminoendständigen Polyethern

##### Allgemeine Vorschrift

[0026] 300 g eines aminoendständigen Polyethers werden für eine Stunde bei 10 mbar und 100°C entwässert. Nach Abkühlen auf 60°C wird ein Gemisch aus Isocyanatopropyltrialkoxysilan, Isophorondiisocyanat und Cyclohexylisocya-

nat über einen Zeitraum von 30 Minuten zugetropft, so dass das molare Verhältnis von Aminogruppen zu Isocyanatgruppen 1 : 1 beträgt. Der Ansatz wird bei 60°C noch solange nachgerührt, bis keine Isocyanatgruppen mehr nachweisbar sind (s. Tabelle 1, A7-A11).

#### Vergleichsbeispiel 5

[0027] Die Synthese eines linearen Poly(ether-urethan-harnstoff)-Polyadditionsproduktes gemäß EP 0 269 819 B1, Beispiel 3, erforderte zwei Reaktionsschritte und führt zu einem sehr hochviskosen Endprodukt (s. Tabelle 1, V1).

#### Beispiel 3 10

##### Formulierung der Katalysator-Komponente B

[0028] In einem Mischwerk werden  
 32,2% Poly(propylenoxid)-diol (MW 2000) 15  
 2,8% Paraffin  
 0,3% Emulgator  
 59,2% Quarzmehl  
 3,2% pyrogene Kieselsäure  
 2,3% einer 16%igen wässrigen Lösung von p-Toluolsulfonsäurehydrat 20  
 in der angegebenen Reihenfolge zu einer homogenen pastösen Masse gemischt. Die Mischzeit beträgt 30 Minuten bei 50 U/min.

#### Beispiel 4 25

[0029] Die in den Beispielen 1 und 2 beschriebenen alkoxysilyl-endständigen Polyether und kommerziell erhältliche alkoxysilyl-endständigen Polyether werden als Komponente A im Gewichts-Verhältnis 1 : 1 mit der Katalysator-Komponente B intensiv vermischt. Nach einigen Minuten erhält man ein zu einem elastischen Material vernetztes Produkt.

#### Beispiel 5 30

##### Formulierung einer dentalen Abformmassen

[0030] In einem Mischwerk werden  
 19,1% A10 35  
 19,1% Verdünner  
 54,5% Füllstoff (Quarzmehl)  
 4,0% Paraffin  
 3,8% Polyethylen-Faser  
 zu einer pastösen Masse homogenisiert (Komponente A). 40  
 [0031] Die Komponenten A und B werden im Gewichts-Verhältnis 8 : 1 für 30 s intensiv vermischt.  
 [0032] Die physikalische Charakterisierung der Abformmasse nach ISO 4823 liefert folgende Ergebnisse:

Viskosität	153,6	
Verarbeitungszeit [min]	1,8	45
Aushärtezeit [min]	2,4	
Aushärtezeit/Verarbeitungszeit	1,3	
Rückstellung nach Verformung [%]	97,7	
Dimensionsänderung [%]	0,45	
Shore A-Härte (1 Stunde)	52,0	50

#### Vergleichsbeispiel

[0033] In einem Mischwerk werden 55  
 19,1% V 1  
 19,1% Verdünner  
 54,5% Füllstoff (Quarzmehl)  
 4,0% Paraffin  
 3,8% Polyethylen-Faser  
 zu einer pastösen Masse homogenisiert (Komponente A). 60  
 [0034] Die Komponenten A und B werden im Gewichts-Verhältnis 5 : 1 für 30 Sekunden intensiv vermischt. Die Untersuchungen zur Abbindekinetik und die physikalische Charakterisierung der Abformmasse nach ISO 4823 liefern folgende Ergebnisse: 65

Viskosität (23°C, 3 s 1) [Pas]	275,0
Verarbeitungszeit [min]	2,2

	Aushärtezeit [min]	3,8
	Aushärtezeit/Verarbeitungszeit	1,7
	Rückstellung nach Verformung [%]	98
	Dimensionsänderung [%]	0,36
5	Shore A-Härte (1 h)	51

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

Tabelle 1

Produkt	Polyether	Silan	Disocyanat	Monoisocyanat	Urethangehalt [%]	Harnstoffgehalt [%]	Alkoxysilangehalt [%]	Viskosität [Pas] (23°C, 3 s <sup>-1</sup> )
A1	Poly(propylenoxid)-triol, Mn = 6000	3-Isocyanato-propyltriethoxy silan: 37,12g	-	-	2,6	0	7,3	2,8
A2	Poly(ethylenoxid-co-propylenoxid)-tetrol, Mn = 15000	3-Isocyanato-propyltriethoxy silan: 20,77g	-	-	1,5	0	4,3	25
A3	Poly(ethylenoxid-co-propylenoxid)-triol, Mn = 6200	3-Isocyanato-propyltriethoxy silan: 37,22g	-	-	2,5	0	7,3	2,5
A4	Poly(ethylenoxid-co-propylenoxid)-triol, Mn = 3000	3-Isocyanato-propyltriethoxy silan: 77,14g	-	-	4,7	0	13,5	1,2
A5	Poly(tetrahydrofuran)-diol, Mn = 2900	3-Isocyanato-propyltriethoxy silan: 52,14g	-	-	3,5	0	9,8	7,5
A6	Kaneka S303H				0	0	unbekannt	12
A7	Poly(propylenoxid)-triamin, Mn = 5000	3-Isocyanato-propyltriethoxy silan: 40,10g	-	-	0	3,1	7,8	5,1
A8	Poly(propylenoxid)-diamin, Mn = 2000	3-Isocyanato-propyltriethoxy silan: 77,44g	-	-	0	4,6	13,5	4,0



5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

A9	Poly(propylenoxid)- triamin, Mn = 5000	3-Isocyanato- propyltrimethox- ysilan: 37,20g	-	0	3,1	6,5	16		
A10	Poly(propylenoxid)- triamin, Mn = 5000	3-Isocyanato- propyltriethoxy silan: 30,50g	Isophorondiisoc yanat: 4,08g	0	3,1	6,0	25		
A11	Poly(propylenoxid)- triamin, Mn = 5000	3-Isocyanato- propyltriethoxy silan: 20,97g	Isophorondiisoc yanat: 3,38g	0	3,2	4,2	29		
VI	Poly(ethylenoxid-co- propylenoxid)-diol, Mn = 3000	3-Aminopro- pyltriethoxysila n: 22,22g	Isophorondiisoc yanat: 33,67g	3,3	1,6	4,6	160		

## 1. Verwendung von Mischungen, enthaltend

A) alkoxysilylfunktionelle Polyether mit linearer oder verzweigter Hauptkette mit einem mittleren Molekulargewicht ( $M_n$ ) von 800–20000, mit

einem Gehalt an Polyethergruppen von 20–95%,

einem Gehalt an Alkoxysilylgruppen  $-\text{SiR}^1\text{R}^2\text{R}^3$  von 0,2–25%,

wobei  $\text{R}^1$ ,  $\text{R}^2$  und  $\text{R}^3$  unabhängig voneinander H, alkyl oder alkoxy bedeuten,

einem Gehalt an Urethangruppen von 0–10% oder einem Gehalt an Harnstoffgruppen von 0–10%, und

B) eine Mischung, enthaltend Wasser und organische und/oder anorganische Säuren in Gewichtsverhältnissen von 1 : 0,01 bis 1 : 40, als Abform- oder Dubliermassen im Dentalbereich.

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

- Leerseite -

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**